

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2001-055402

(43)Date of publication of application : 27.02.2001

MACHINE
TRANSLATION
ATTACHED

(51)Int.Cl.

C08B 3/06
C08J 3/24
C08J 5/18
C08L 5/08

(21)Application number : 11-231510

(71)Applicant : KONICA CORP

(22)Date of filing : 18.08.1999

(72)Inventor : TACHIBANA NORIKI

(54) CELLULOSE ESTER AND FILM FOR PROTECTING POLARIZING PLATE BY USING THE SAME

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain the subject film excellent in adhesion to a polarizer and useful for protecting a polarizing plate by specifying the tensile modulus and the content of a plasticizer.

SOLUTION: This film has ≥ 340 kgf/mm² tensile modulus and 1-20 wt.% plasticizer content. Preferably, the film has $\leq 1\%$ haze, $\leq 8\%$ water content and 20-120 μ m thickness, and contains polysaccharides (especially chitin or chitosan) except the cellulose, a cross-linking agent having a vinylsulfone group or the like, especially a metallic compound and an ultraviolet absorber. The objective film can preferably be obtained through a step for dissolving a cellulose ester, especially a cellulose ester of a lower fatty acid in a step for raising the temperature after cooling an organic solvent to (-100)-(-10) $^{\circ}$ C, to 0-120 $^{\circ}$ C, and coating the obtained solution of the cellulose ester dissolved in the organic solvent on an endless belt or on a drum.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 16.09.2003

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's
decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

CLAIMS

[Claim(s)]

[Claim 1] The cellulose ester film characterized by for a hauling elastic modulus being two or more [340 kgf/mm], and a plasticizer content being 1 - 20 % of the weight.

[Claim 2] The cellulose ester film characterized by containing polysaccharide other than a cellulose.

[Claim 3] The cellulose ester film characterized by a bridge being constructed by the cross linking agent.

[Claim 4] The cellulose ester film according to claim 3 characterized by these cross linking agents being metallic compounds.

[Claim 5] The cellulose ester film according to claim 3 characterized by this cross linking agent having at least a kind of radical chosen from a vinyl sulfone radical, an epoxy group, an isocyanate radical, a blocked isocyanate group, an activity halogen radical, an aldehyde group, an ethyleneimine radical, and an activity esterification radical.

[Claim 6] The cellulose ester film characterized by containing polysaccharide other than a cellulose and the bridge being further constructed by the cross linking agent.

[Claim 7] The cellulose ester film according to claim 2 or 6 characterized by this polysaccharide being a chitin or chitosan.

[Claim 8] A cellulose ester film given in any 1 term of claims 1-7 characterized by Hayes being 1% or less.

[Claim 9] A cellulose ester film given in any 1 term of claims 1-8 characterized by moisture regain being 8% or less.

[Claim 10] A cellulose ester film given in any 1 term of claims 1-9 characterized by containing an ultraviolet ray absorbent.

[Claim 11] A cellulose ester film given in any 1 term of claims 1-10 characterized by having dissolved cellulose ester and manufacturing the obtained cellulose ester organic solvent solution through the process applied to an endless-belt top or drum lifting in the process warmed at 0 thru/or 120 degrees C after cooling an organic solvent at -100 thru/or -10 degrees C.

[Claim 12] A cellulose ester film given in any 1 term of claims 1-11 characterized by this cellulose ester being cellulose lower-fatty-acid ester.

[Claim 13] A cellulose ester film given in any 1 term of claims 1-12 to which thickness is characterized by being 20-120 micrometers.

[Claim 14] A cellulose ester film given in any 1 term of claims 1-13 characterized by being a protection film for polarizing plates.

[Translation done.]

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] This invention relates to the cellulose ester film excellent in the adhesive property with a polarizer for polarizing plate protection in more detail about a cellulose ester film.

[0002]

[Description of the Prior Art] Generally, the polarizing plate used for formation of a liquid crystal image display device is manufactured by sticking two protection films for polarizing plates which become the polarizer which consists of polyvinyl alcohol by which uniaxial stretching was colored and carried out by the dichromatic dye which usually has a polarization function from triacetyl cellulose from both sides. In this case, in order to raise the adhesive property of a triacetyl cellulose film and the polarization film, before sticking a triacetyl cellulose film, immersing and saponifying in an alkali water solution like caustic alkali of sodium is performed.

[0003] In recent years, the opportunity of a liquid crystal image display device used externally increases so that it may be represented by car navigation and the cellular-phone display, and the high endurance under various environments is searched for strongly. However, the old polarizing plate had the fault that a polarizing plate will split at a part of process which sticks a polarizing plate in the glass substrate.

[0004] this invention person etc. traced that the cause was adhesive lack of a polarizer and the protection film for polarizing plates, as a result of inquiring wholeheartedly.

[0005]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] Therefore, the purpose of this invention is in offer of the cellulose ester film excellent in the adhesive property with a polarizer for polarizing plate protection.

[0006]

[Means for Solving the Problem] The above-mentioned purpose of this invention was attained by the following configuration.

[0007] 1. Cellulose ester film characterized by for hauling elastic modulus being two or more [340 kgf/mm], and plasticizer content being 1 - 20 % of the weight.

[0008] 2. Cellulose ester film characterized by containing polysaccharide other than cellulose.

[0009] 3. Cellulose ester film characterized by bridge being constructed by cross linking agent.

[0010] 4. Cellulose ester film given [said] in 3 terms characterized by these cross linking agents being metallic compounds.

[0011] 5. Cellulose ester film given [said] in 3 terms characterized by this cross linking agent having at least a kind of radical chosen from vinyl sulfone radical, epoxy group, isocyanate radical, blocked isocyanate group, activity halogen radical, aldehyde group, ethyleneimine radical, and activity esterification radical.

[0012] 6. Cellulose ester film characterized by containing polysaccharide other than cellulose and bridge being further constructed by cross linking agent.

[0013] 7. Cellulose ester film of said 2 or 6 term publication characterized by this polysaccharide being chitin or chitosan.

[0014] 8. Cellulose ester film given in any 1 term of said one to 7 term characterized by Hayes being 1% or less.

[0015] 9. Cellulose ester film given in any 1 term of said one to 8 term characterized by moisture regain being 8% or less.

[0016] 10. A cellulose ester film given in any 1 term of said one to 9 term characterized by containing an ultraviolet ray absorbent.

[0017] 11. A cellulose ester film given in any 1 term of said one to 10 term characterized by having dissolved cellulose ester and manufacturing the obtained cellulose ester organic solvent solution through the process applied to an endless-belt top or drum lifting in the process warmed at 0 thru/or 120 degrees C after cooling an organic solvent at -100 thru/or -10 degrees C.

[0018] 12. A cellulose ester film given in any 1 term of said one to 11 term characterized by this cellulose ester being cellulose lower-fatty-acid ester.

[0019] 13. A cellulose ester film given in any 1 term of said one to 12 term to which thickness is characterized by being 20-120 micrometers.

[0020] 14. A cellulose ester film given in any 1 term of said one to 13 term characterized by being a protection film for polarizing plates.

[0021] Below, this invention is explained at a detail.

[0022] The cellulose ester film concerning this invention is explained.

[0023] As cellulose ester used by this invention, it is desirable that cellulose ester is lower-fatty-acid ester.

[0024] A carbon atomic number means six or less fatty acid, for example, as for the lower fatty acid in the lower-fatty-acid ester of cellulose ester, cellulose acetate, cellulose propionate, cellulose butyrate, etc. are mentioned for it as an example with the desirable lower-fatty-acid ester of a cellulose.

[0025] Moreover, mixed fatty acid ester, such as cellulose acetate propionate of a publication and cellulose acetate butylate, can be used for JP,10-45804,A, 08-231761, U.S. Pat. No. 2,319,052, etc. besides the above.

[0026] Also in the above-mentioned publication, especially the lower-fatty-acid ester of the cellulose used preferably is cellulose triacetate.

[0027] Furthermore, polymerization degree 250-400 and the amount of joint acetic acids are especially used preferably for 54 - 62.5% by the viewpoint of base reinforcement, and the cellulose triacetate whose amount of joint acetic acids is 58 - 62.5% is still more desirable.

[0028] cellulose triacetate is independent in one of the cellulose triacetate compounded from the cotton linter, and the cellulose triacetates compounded from wood pulp -- or it can mix and use. Productivity is highly desirable if many cellulose triacetates by which the detachability from a belt or a drum was compounded from the good cotton linter if the detachability from a belt or a drum became a problem are used. When the cellulose triacetate compounded from wood pulp is mixed and used, at 40 % of the weight or more, since the effectiveness of detachability becomes remarkable, the ratio of the cellulose triacetate compounded from the cotton linter is desirable, 60 % of the weight or more is still more desirable, and it is most desirable to use it independently.

[0029] The polarizing plate used for this invention is producible by the general approach. For example, alkali treatment of the cellulose ester film is carried out, and there is the approach of using a full saponification mold polyvinyl alcohol water solution for both sides of the produced polarization film which carried out immersion extension, and sticking into an iodine solution. In order that alkali saponification processing may improve **** of the drainage system adhesives at this time and may raise an adhesive property, the thing of processing which soaks a cellulose ester film into hot strong-base liquid is said.

[0030] The polarization film which is the main component of the polarizing plate used for this invention is a component which lets only the light of the plane of polarization of the fixed direction pass, the typical polarization film known now is a polyvinyl alcohol system polarization film, and this has the thing which made iodine dye it a polyvinyl alcohol system film, and the thing which dichromatic dye was made to dye it. These produce a polyvinyl alcohol water solution, and after carrying out uniaxial stretching of this, and dyeing it, or dyeing and carrying out uniaxial stretching, what performed endurance processing with the boron compound preferably is used. On the field of this polarization film, the transparent plastic film which is a protection film for polarizing plates is stretched, and a polarizing plate is formed.

[0031] However, the conventional polarizing plate is a part of process which sticks a polarizing plate on a base, and it became clear that the serious fault that a polarizing plate will split was produced. this invention persons traced that this cause was adhesive lack of a polarizer and the protection film for polarizing plates. this invention persons found out wholeheartedly that the fault in which a polarizer and a polarizing plate split was improved by bringing the hauling elastic modulus of a polarizer and the protection film for polarizing plates close as a result of examination.

[0032] The approach of constructing a bridge which mixes a polymer with a large hauling elastic

modulus of performing strong heat-treatment in the culmination of a production process as an approach of adjusting a hauling elastic modulus is mentioned.

[0033] The hauling elastic modulus was pulled at 55% of 23-degree-C relative humidity, and was measured with the tester, and it asked for it from the SS curve. a hauling elastic modulus -- 340-400Kgf/mm² -- desirable -- further -- desirable -- 345-395Kgf/mm² -- it is 2 350 to 390 Kgf/mm especially preferably.

[0034] As a polymer in this invention, polysaccharide is mentioned from the point of compatibility with a cellulose ester film, and especially a chitin and chitosan are desirable.

[0035] The chitin in this invention is manufactured mainly from the shell of a crab. The crab husks generally pulverized and rinsed are processed with dilute hydrochloric acid, subsequently are processed with rare caustic alkali of sodium except for minerals, the quality of organic is removed, and it is carried out by the approach of obtaining a chitin as the insoluble residue. Moreover, the chitosan in this invention is obtained by deacetylation of a chitin. Deacetylation of a chitin is performed by processing a chitin with the heat caustic-alkali-of-sodium solution around 50%. Usually, whenever [deacetylation / of chitosan] is 0 - 100%, and is 50 - 90% preferably. Generally what came to melt into the diluted acetic acid (1%) even if it did not deacetylate 100% is called chitosan, and can be used for this invention.

[0036] In this invention, film reinforcement and solubility are controllable by using chitosan as a chitosan derivative. As a derivative, acetylation, alkylation, carboxy alkylation, sulfonation, the thing that carried out alkyl sulfonation are mentioned.

[0037] In this invention, the desirable molecular weight Mw of said chitosan or a chitosan derivative is 10,000 to 500,000.

[0038] Although the addition of a chitin and chitosan can be chosen as arbitration, it is 1 - 20 % of the weight more preferably 0.5 to 50% of the weight to a cellulose ester film.

[0039] A plasticizer contains on the cellulose ester film concerning this invention. Although there is especially no limitation as a plasticizer which can be used, by the phosphoric ester system Triphenyl phosphate, tricresyl phosphate, cresyl diphenyl phosphate, By the phthalic ester system, octyl diphenyl phosphate, diphenyl biphenyl phosphate, trioctylphosphate, tributyl phosphate, etc. Diethyl phthalate, dimethoxy ethyl phthalate, dimethyl phthalate, By the glycolic-acid ester system, dioctyl phthalate, dibutyl phthalate, G 2-ethylhexyl phthalate, etc. It is desirable independent or to use together a triacetin, the tributyrin, butyl phthalyl butyl glycolate, ethylphthalylethyl glycolate, methyl phthalyl ethyl glycolate, butyl phthalyl butyl glycolate, etc.

[0040] The amount of these plasticizers used is points, such as film engine performance and workability, and its 1 - 20 % of the weight is desirable to cellulose ester. As an object for liquid crystal display members, 2 - 10 % of the weight is 3 - 7 % of the weight desirable especially preferably from a viewpoint of dimensional stability.

[0041] Since are slit processing and a thing at the time of carrying out punching processing, a cutting plane will become completely in the shape of a saw, waste will generate a base film and a liquid crystal display member, if workability is bad, and the workability said here adheres to a product and serves as a defect, it is not desirable.

[0042] If for others, particles, such as oxidation silicon, may be added to the cellulose ester film used for this invention as a mat agent. Since that surface treatment is carried out with the organic substance can fall Hayes of a film, said particle has it. [desirable]

[0043] As Hayes of a film, it is 1% or less, and is 0.8% or less preferably.

[0044] Halo silanes, alkoxysilane, a silazane, a siloxane, etc. are raised with surface treatment as the desirable organic substance. The mat effectiveness has the large one where the pitch diameter of a particle is larger, since the one where a pitch diameter is smaller is excellent in transparency, in this invention, 5-50nm is desirable still more desirable, and the pitch diameter of the primary particle of a particle is 7-14nm.

[0045] As a particle of oxidization silicon, AEROSIL 200 and 300 made from Aerosil, R972, R974, R202, R812, OX50, TT600, etc. are raised, and it is AEROSIL preferably. R972, R974, R202, R812, etc. are raised.

[0046] A cross linking agent contains on the cellulose ester film of invention concerning claim 3.

[0047] As a cross linking agent, a metallic oxide, for example, an aluminum oxide, a boric acid, cobalt oxide, etc. are desirable. Moreover, the compound which has vinyl sulfone radicals, such as a meta-xylene vinyl sulfonic acid, The compound which has epoxy groups, such as bisphenol glycidyl ether, The compound which has an isocyanate radical, the compound which has a blocked isocyanate group,

The 2-methoxy -4, 6-dichloro triazine, 2-sodium oxy-- The compound which has activity halogen radicals, such as 4 and 6-dichloro triazine, The compound which has aldehyde groups, such as formaldehyde and glyoxal, Mucochloric acid, tetramethylen -1, 4-screw (ethylene urea), The compound which has at least one sort of radicals chosen from the compound which has the compound and activity esterification radical which have ethyleneimine radicals, such as hexamethylene -1 and 6-screw (ethylene urea), can be used, and two or more sorts of cross linking agents may be used together. [0048] A metallic oxide, the compound which has a vinyl sulfone radical, the compound which has an ethyleneimine radical, and especially the compound that has an epoxy group are [among these] desirable.

[0049] In this invention, the compound which has a vinyl sulfone radical is a compound which has the radical which can form the vinyl group or vinyl group combined with the sulfonyl group, it has at least two radicals which can form the vinyl group or vinyl group preferably combined with the sulfonyl group, and what is expressed with the following general formula (1) is desirable.

[0050] General formula (1)

(CH₂=CHSO₂) Among nA type, A is the connection radical of n **, for example, is an alkylene group, a permutation alkylene group, a phenylene group, and a permutation phenylene group, and may have the amide joining segment, the amino joining segment, the ether joining segment, or the thioether joining segment in between. As a substituent, a halogen atom, a hydroxy group, a hydroxyalkyl radical, the amino group, a sulfonic group, a sulfate radical, etc. are mentioned. n is 1, 2, 3, or 4.

[0051] The typical example of a vinyl sulfone system cross linking agent is given to below.

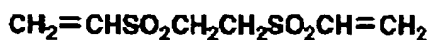
[0052]

[Formula 1]

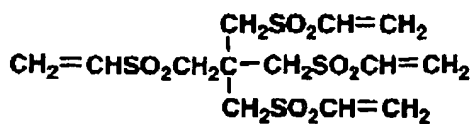
H-1



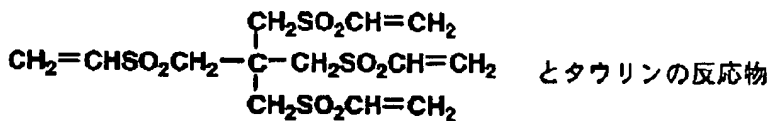
H-2



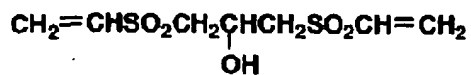
H-3



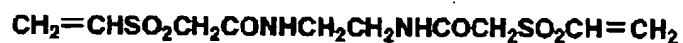
H-4



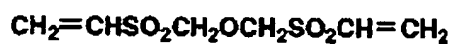
H-5



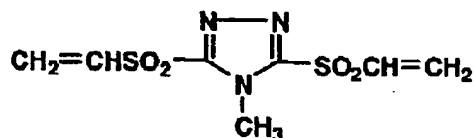
H-6



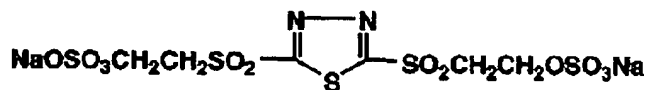
H-7



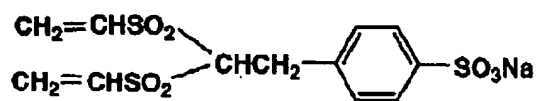
H-8



H-9



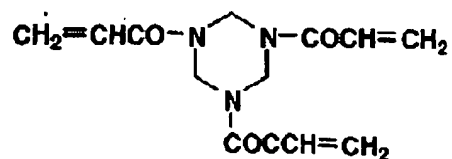
H-10



[0053]

[Formula 2]

H- 11



H- 12



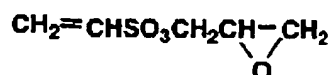
H- 13



H- 14



H- 15



H- 16

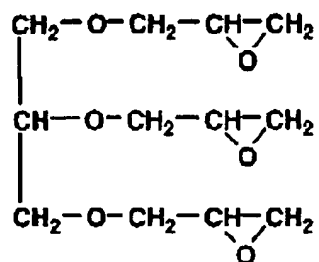


[0054] Especially as a compound which has an ethyleneimine radical, 700 or less thing is preferably used for molecular weight by two organic functions and three organic functions. The example of the cross linking agent which has an ethyleneimine radical is given to below.

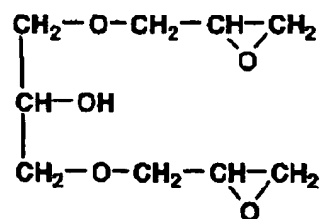
[0055]

[Formula 3]

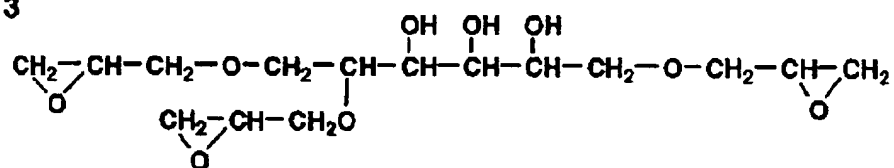
E-1



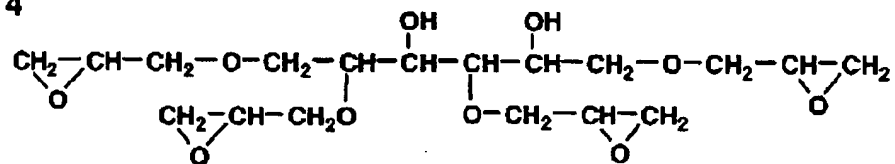
E-2



E-3



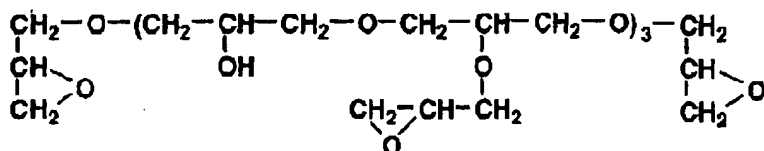
E-4



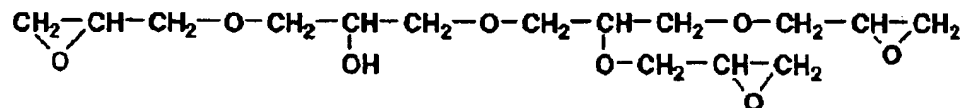
[0056]

[Formula 4]

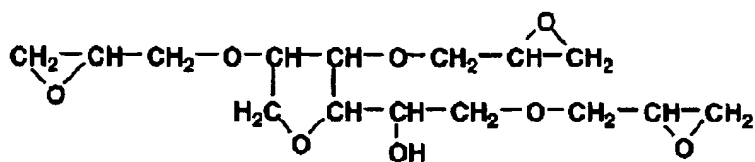
E-5



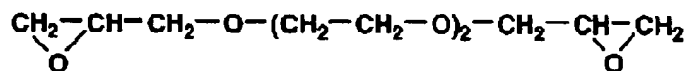
E-6



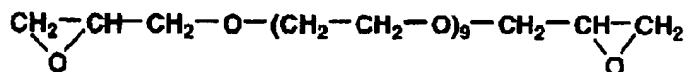
E-7



E-8



E-9



[0057] Especially as a compound which has an epoxy group, it has two or more epoxy groups, and 300 or less thing has the desirable molecular weight per functional group. The example of the cross linking agent which has an epoxy group is given to below.

[0058]

[Formula 5]

O=C1NC2C=CC=C(C2)CC3=CC=C(C=C3)NC(=O)N4C=CC=CC41
$$\begin{array}{c} \text{CH}_2\text{OCOCH}_2\text{CH}_2\text{N} \triangle \\ | \\ \text{CH}_3\text{CH}_2\text{C}-\text{CH}_2\text{OCOCH}_2\text{CH}_2\text{N} \triangle \\ | \\ \text{CH}_2\text{OCOCH}_2\text{CH}_2\text{N} \triangle \end{array}$$
$$\begin{array}{c} \text{CH}_2\text{OCOCH}_2\text{CH}_2\text{N} \triangle \\ | \\ \text{HOCH}_2\text{C} - \text{CH}_2\text{OCOCH}_2\text{CH}_2\text{N} \triangle \\ | \\ \text{CH}_2\text{OCOCH}_2\text{CH}_2\text{N} \triangle \end{array}$$
C1CN1C2=NC3=C(N2)N4C=CC=C4N3

5

O=P(N1C=CC=C1)(N2C=CC=C2)N3C=CC=C3
$$\text{NCONH(CH}_2\text{)}_6\text{NHCON}$$

[0062] Although the melting point is 100 degrees C or more, the ultraviolet ray absorbent used by this

invention is 135 degrees C or more preferably, and is 140 degrees C or more still more preferably. [0063] Furthermore, from a viewpoint of degradation prevention of liquid crystal, it excels in the absorbing power of ultraviolet rays with a wavelength of 370nm or less, and what has few absorption of the light with a wavelength of 400nm or more is preferably used from a viewpoint of good liquid crystal display nature.

[0064] As an example of the ultraviolet ray absorbent used for this invention, an oxy-benzophenone system compound, a benzotriazol system compound, a salicylate system compound, a benzophenone system compound, a cyanoacrylate system compound, a nickel complex salt system compound, inorganic fine particles, etc. are mentioned, for example, and a benzotriazol system ultraviolet ray absorbent is used preferably. Although an example is shown below, it is not limited to these.

[0065] UV-1: 2- (2'-hydroxy-5'-methylphenyl) benzotriazol UV-2: 2- (2'-hydroxy-3' --) 5'-G ter-buthylphenyl benzotriazol UV-3: 2- (2'-hydroxy-3'-ter-butyl-5'-methylphenyl) benzotriazol UV-4: 2- (2'-hydroxy-3' --) 5'-G ter-buthylphenyl-5-chlorobenzo triazole UV-5: 2- (2'-hydroxy-3'-(3", 4", 5"6"-tetrahydro phthalimidomethyl)-5'-methylphenyl) benzotriazol UV-6 : 2,2-methylene bis (4-(1, 1, 3, and 3-tetramethylbutyl)-6-(2H-benzotriazol-2-IRU) phenol)

Moreover, although the example of the benzophenone system ultraviolet ray absorbent which is one of the ultraviolet ray absorbents used by this invention is shown, this invention is not limited to these.

[0066] UV-7: 2, 4-dihydroxy benzophenone UV-8: 2, 2'-dihydroxy-4-methoxybenzophenone UV-9: 2-hydroxy-4-methoxy-5-sulfo benzophenone UV-10: Screw (2-methoxy-4-hydroxy-5-benzoyl phenylmethane)

The ultraviolet ray absorbent of the above-mentioned publication preferably used by this invention has high transparency, its benzotriazol system ultraviolet ray absorbent and benzophenone system ultraviolet ray absorbent excellent in the effectiveness which prevents degradation of a polarizing plate or a liquid crystal device are desirable, and especially its benzotriazol system ultraviolet ray absorbent with less unnecessary coloring is desirable.

[0067] As the addition approach of an ultraviolet ray absorbent, after dissolving an ultraviolet ray absorbent in organic solvents, such as alcohol, and a methylene chloride, dioxolane, it may add with a dope or you may add during a direct dope presentation. What is not dissolved in an organic solvent like inorganic fine particles uses a dissolver and a sand mill into an organic solvent and cellulose ester, and after it distributes, it adds them with a dope.

[0068] Although the amount of the ultraviolet ray absorbent used is not uniform by the class of compound, a service condition, etc., per cellulose ester film one m2 and 0.2g-2.0g are usually desirable, 0.4g-1.5g are still more desirable, and 0.6g-especially 1.0g are desirable.

[0069] In invention concerning claim 10, the melting point may use together an ultraviolet ray absorbent with a melting point of less than 100 degrees C, although at least one sort of ultraviolet ray absorbents 100 degrees C or more contain in a cellulose ester film. It demonstrates the effectiveness, so that the amount of an ultraviolet ray absorbent with a melting point of 100 degrees C or more has many rates to all the ultraviolet ray absorbents contained on a cellulose ester film. It is 30 % of the weight or more preferably, and is the case where the whole quantity uses an ultraviolet ray absorbent with a melting point of 100 degrees C or more most preferably 50% of the weight still more preferably.

[0070] As for the cellulose ester film of this invention, it is desirable to be used for the member for liquid crystal displays from high dimensional stability and the good ultraviolet-rays cut engine performance. The member for liquid crystal displays is a member used for a liquid crystal display, for example, a protection film for polarizing plate and polarizing plates, phase contrast plate, reflecting plate, improvement film in angle of visibility, anti-glare film, nonreflective film, and antistatic film etc. is raised. Also in the above-mentioned publication, the cellulose ester film of this invention is especially used suitably in the protection film for a polarizing plate and polarizing plates which has a severe demand also to dimensional stability.

[0071] Next, the manufacture approach of the cellulose ester film of this invention is explained.

[0072] In this invention, the dope liquid which cellulose ester is dissolving is in the condition which cellulose ester is dissolving in the solvent (solvent), additives, such as a plasticizer, may be added to said dope liquid, and, of course, other additives can also be added to it as occasion demands. As concentration of the cellulose ester in dope liquid, 10 - 30 % of the weight is 18 - 20 % of the weight desirable still more preferably.

[0073] mixing and using a good solvent and a poor solvent, although the solvent used by this invention may be independent or concomitant use is sufficient -- the point of productive efficiency -- desirable --

further -- desirable -- the mixing ratio of a good solvent and a poor solvent -- a good solvent is 70 - 95 % of the weight, and the poor solvent of a rate is 30 - 5 % of the weight.

[0074] or [swelling what dissolves the cellulose ester to be used independently in a good solvent and independent with the good solvent used for this invention, and a poor solvent] -- or what is not dissolved is defined as the poor solvent. Therefore, when a good solvent and a poor solvent change depending on the amount of joint acetic acids of cellulose ester, for example, an acetone is used as a solvent, at the 55% of the amounts of joint acetic acids of cellulose ester, it will become a good solvent, and will become a poor solvent at the 60% of the amounts of joint acetic acids.

[0075] As a good solvent used for this invention, organic halogenated compounds and dioxolanes, such as a methylene chloride, are mentioned. Moreover, as a poor solvent used for this invention, a methanol, ethanol, n-butanol, a cyclohexane, etc. are used preferably, for example.

[0076] Although a general approach can be used as the dissolution approach of cellulose ester when preparing dope liquid, as a desirable approach, cellulose ester is mixed with a poor solvent, it is made to swell and humidity or the approach of mixing with a good solvent further is used preferably. It is more desirable in order that the approach of dissolving while heating and agitating at the temperature of the range which is more than the boiling point in the ordinary temperature of a solvent, and a solvent does not boil under pressurization at this time may prevent generating of the massive non-melt called gel and insoluble.

[0077] In this invention, especially the class of pressurization container used for the dissolution of cellulose ester can bear the predetermined pressure instead of the place to ask, and just performs heating and churning under pressurization. In addition to this, a pressurization container arranges instruments, such as a pressure gage and a thermometer, suitably. The rise of the vapor pressure of the approach of pressing inert gas, such as nitrogen gas, fit and the solvent by heating may perform pressurization. It is desirable to perform heating from the outside, for example, a jacket type thing is easy a temperature control, and it is desirable.

[0078] It is suitable for the heating temperature which adds a solvent to set it as the range whose temperature of the range which is more than the boiling point of a use solvent, and this solvent does not boil is 40 degrees C or more and 50-110 degrees C preferably. Moreover, a pressure is laying temperature, and it is adjusted so that a solvent may not boil.

[0079] It takes out from a container, or it extracts with a pump etc. from a container, and cools by a heat exchanger etc., cooling, and after the dissolution presents film production with this. Although you may cool to ordinary temperature, since the cooling temperature at this time can reduce dope viscosity, its way which cools to temperature lower 5-10 degrees C than the boiling point, and casts with that temperature is desirable.

[0080] In this invention, the dope liquid made to dissolve cellulose ester in a solvent, and a particle, an ultraviolet ray absorbent, etc. and the solution that little cellulose ester is dissolving are added and mixed with in-line one, after casting and (cast process) heating and removing some solvents (desiccation-on base material process), it exfoliates from a base material, the exfoliative film dries (film desiccation process), and, subsequently to a base material top, the cellulose-ester film of this invention is obtained.

[0081] The base material with which the base material in a cast process carried out mirror plane finishing of the stainless steel of the shape of the shape of a belt and a drum is used preferably. Although the temperature of the base material of a cast process is the temperature of under the boiling point of 0 degree C of general temperature requirements -, and a solvent and it can cast, since the way cast on a 0-30-degree C base material makes a dope gel and can raise the exfoliation time limit, it is desirable, and it is still more desirable to cast on a 5-15-degree C base material. The exfoliation time limit is transparent and means the time amount which has the cast dope on a base material in the limitation of a flow casting rate that the good film of smoothness can be obtained continuously. The shorter one is excellent in productivity and the exfoliation time limit has it. [desirable]

[0082] As for the skin temperature of the base material of the side cast (cast), it is still more desirable that it is desirable to make it higher 0 degrees C or more than the temperature of a base material as for the temperature of 10-55 degrees C and a solution, and it sets further 25-60 degrees C of temperature of a solution as 5 degrees C or more. Although they are desirable since solution temperature and base material temperature can do the rate of drying of a solvent quickly so that they are high, if too not much high, it may foam, or smoothness may deteriorate.

[0083] The still more desirable range of 20-40 degrees C and solution temperature of the still more desirable range of the temperature of a base material is 35-45 degrees C.

[0084] Moreover, since the adhesion force of a film and a base material can be reduced by making still more preferably 10-40 degrees C of base material temperature at the time of exfoliating into 15-30 degrees C, it is desirable.

[0085] In order for the cellulose ester film at the time of manufacture to show good smoothness, 10 - 80% is desirable still more desirable, and the amount of residual solvents at the time of exfoliating from a base material is 20 - 40%, or 60 - 80%, and is 20 - 30% especially preferably.

[0086] The amount of residual solvents is defined by the following type in this invention.

[0087] amount = (weight after heat-treatment Saki [Shigekazu] - heat-treatment) x of residual solvents 100 / (heat-treatment Shigekazu Ushiro) % -- in addition, the heat-treatment at the time of measuring the amount of residual solvents means performing heat-treatment of 1 hour for a film at 115 degrees C.

[0088] A cellulose ester film although exfoliation is usually performed by 20 - 25 kg/m, in case exfoliation tension at the time of exfoliating a base material and a film is thin-film-ized is that exfoliating in minimum tension - 17 kg/m which can exfoliate exfoliates in minimum tension - 14 kg/m desirable still more preferably, in order that Siwa may tend to enter in the case of exfoliation.

[0089] Moreover, in the desiccation process of a cellulose ester film, it is 0.5 or less % of the weight to dry further the film which exfoliated from the base material, and to carry out the amount of residual solvents to 3 or less % of the weight desirable still more preferably.

[0090] At a film desiccation process, the method dried while conveying a film by the roll suspension method and the pin tenter method generally is taken. In order that making it dry as an object for liquid crystal display members, holding width of face by the pin tenter method may raise dimensional stability, it is desirable. Especially in order that performing width-of-face maintenance in a place with many amounts of residual solvents immediately after exfoliating especially from a base material may demonstrate the improvement effectiveness in dimensional stability more, it is desirable. Especially a means to dry a film does not have a limit and, generally is performed with hot blast, infrared radiation, a heating roller, microwave, etc. It is desirable to carry out by hot blast in respect of simplicity. drying temperature -- the range of 40-150 degrees C -- 3-5 steps of temperature -- dividing -- steps -- it is desirable to make it high, and it is still more desirable in order that carrying out in the range which is 80-140 degrees C may improve dimensional stability.

[0091] If the thickness of a cellulose ester film is too thin, the reinforcement as a protection film of a polarizing plate will run short, and the dimensional stability of a polarizing plate and the preservation stability in wet heat will get worse. If thickness is thick, a polarizing plate will become thick and thin film-ization of a liquid crystal display will become difficult. The thickness of the cellulose ester film which is compatible in these is 20-120 micrometers, preferably, it is 35-45 micrometers still more preferably, and 30-60 micrometers of most desirable things are 40 micrometers.

[0092] The desirable moisture regain of the cellulose ester film at the time of thin-film-izing [above] is 0.5 - 4.0%, and is 1.5 - 3.0% still more preferably 1.5 to 3.5% more preferably.

[0093] Measurement of the water content of a cellulose ester film is possible by the following approach.

[0094] The weight was measured and it was referred to as W1, after cutting out the cellulose ester film sample in the magnitude of 2 10cm and leaving it under conditions of 80% of 23-degree-C relative humidity for 48 hours. Subsequently, the weight was measured and it was referred to as W2, after performing stoving processing for this film for 45 minutes at 120 degrees C. By the following formula, the moisture regain in 80% of 23-degree-C relative humidity is measured from the measured value obtained respectively.

[0095]

Moisture-regain (%) = (W1-W2) / (W2) x 100 [0096]

[Example] Although an example is used for below and the mode of this invention is explained concretely, this invention is not limited to this.

[0097] The cellulose ester film sample was produced according to the following approach.

[0098]

Production [of the <<sample 1 >>]

(Production of dope liquid)

Cellulose triacetate compounded from the cotton linter 85 weight sections (whenever [acetylation] 61.0%)

Cellulose triacetate compounded from wood pulp 15 weight sections (whenever [acetylation] 61.0%)

UV-2 (ultraviolet ray absorbent) One weight section Ethylphthalylethyl glycolate (plasticizer) Four

weight sections Methylene chloride The 475 weight sections Ethanol 50 weight sections Aerosil L200 It distributes in mean particle diameter of 0.3 micrometers. More than 2 weight sections are supplied to a well-closed container, and it is 70 degrees C. Cellulose triacetate (TAC) was dissolved completely, heating and agitating, and dope liquid was prepared. The time amount which the dissolution took was 4 hours.

[0099] After filtering the dope liquid prepared above, using belt flow casting equipment, it cast into homogeneity on the 30-degree C stainless steel band base material at 35 degrees C whenever [dope solution temperature], and the solvent was evaporated until the amount of residual solvents in a film became 25% by the desiccation wind 110 degrees C or less, and, subsequently the film was exfoliated from on the stainless steel band base material. The time amount required by exfoliation from flow casting of dope liquid was 3 minutes. After exfoliating from a stainless steel band base material, desiccation was terminated in the desiccation zone (50 degrees C, 90 degrees C, and 120 degrees C), making much rolls convey further, and the sample 1 of the cellulose triacetate film of 40 micrometers of thickness was obtained.

[0100] Production>> of the <<sample 2 The sample 2 as well as a sample 1 was produced except having let the desiccation zone pass for 5 minutes at 120 more degrees C after desiccation termination.

[0101] Production>> of the <<sample 3 and a sample 4 The sample 3 and the sample 4 were produced like the sample 1 and the sample 2, respectively except having changed into the acetyl propyl cellulose (Eastman Chemical CAP 482-0.5) instead of cellulose triacetate (TAC).

[0102] Production>> of the <<sample 5 and a sample 6 The sample 5 and the sample 6 were produced like the sample 1 and the sample 2, respectively except having used the cooling method shown below on the occasion of the dissolution of dope liquid and preparation.

[0103] In the dope constituent of an example 1, it changed into methyl acetate from the methylene chloride as a solvent, and the following constituents were produced.

[0104]

Ethylphthalylethyl glycolate (plasticizer) Four weight sections Methyl acetate The 475 weight sections Ethanol Add the remaining triacetyl cellulose, UV-2, and Aerosil L200 after cooling the 50 weight ***** above-mentioned constituent at -100 degrees C, and make it be the same as that of an example 1 except having dissolved in the organic solvent completely in the process warmed from 0 degree C to 120 degrees C. The sample was produced.

[0105] Production>> of the <<sample 7 - a sample 14 As indicated to Table 1, the sample 14 was produced from the sample 7 like the sample 1 except having added the polymer and the cross linking agent at the time of dope liquid production.

[0106] About the sample 1 obtained as mentioned above - a sample 14, an elastic modulus, moisture regain, and Hayes are measured, and the obtained result is shown in Table 1. In addition, Hayes was measured according to ASTM-D 1003-52.

[0107] Subsequently, the polarizing plate was produced by the following approaches using each obtained cellulose ester film.

[0108] It was immersed in 40-degree C 2.5N-sodium-hydroxide solution for 60 seconds, and alkali treatment of a sample 1 - the sample 14 was carried out to it, it rinsed for 3 minutes, the saponification processing layer was formed, and the alkali treatment film was obtained.

[0109] Next, it was immersed in the water-solution 100 weight section containing the iodine 1 weight section and the boric-acid 4 weight section, the polyvinyl alcohol film with a thickness of 120 micrometers was extended 4 times at 50 degrees C, and each polarization film was produced. Said alkali treatment finishing sample film was respectively stuck on both sides of the obtained polarization film by having used the completeness saponification mold polyvinyl alcohol 5% water solution as the binder, and the polarizing plate sample was produced. About each obtained polarizing plate sample, whenever [brittle] was measured with the fragility test vessel. The obtained result is shown in Table 1. In addition, whenever [brittle] produced the 35mmx1m sample, and measured it using wedge BURITORUNESU APAREITASU under conditions of 55% of 23-degree-C relative humidity. It is shown that breaking strength of a numeric value is so high that it is low.

[0110]

[Table 1]

試料 No.		セルロース 種類	添加ポリマー種類		架橋剤種類		弾性率 Kg _f /mm ²	脆弱度 mm	水分率 %	ヘイズ %
			種類	量重量部	種類	量重量部				
試料 1	比 較	TAC	—	—	—	—	330	110	4.6	0.15
試料 2	本発明	TAC	—	—	—	—	340	80	3.5	0.15
試料 3	比 較	CAP	—	—	—	—	330	100	4.3	0.15
試料 4	本発明	CAP	—	—	—	—	350	80	3.3	0.15
試料 5	比 較	TAC 冷却	—	—	—	—	330	100	4.6	0.15
試料 6	本発明	TAC 冷却	—	—	—	—	355	80	3.5	0.15
試料 7	本発明	TAC	キチン	10	—	—	365	60	2.5	0.25
試料 8	本発明	TAC	キチン	5	—	—	360	65	3.0	0.20
試料 9	本発明	TAC	キトサン 1	10	—	—	360	70	3.5	0.25
試料 10	本発明	TAC	キトサン 2	5	—	—	355	75	3.5	0.20
試料 11	本発明	TAC	キトサン 1	10	H-6	0.5	365	65	2.5	0.25
試料 12	本発明	TAC	キトサン 1	5	E-5	1.0	355	70	3.0	0.20
試料 13	本発明	TAC	キトサン 1	10	A-5	0.5	365	65	3.1	0.25
試料 14	本発明	TAC	キトサン 1	5	ME-1	0.5	355	75	3.3	0.20

キチン：甲陽ケミカル社製キチンTC-L

キトサン1：甲陽ケミカル社製コーヨーキトサンSK-30

キトサン2：甲陽ケミカル社製コーヨーキトサンSK-400

架橋剤ME-1：酸化アルミニウム

$$\frac{330 \text{ kg}}{\text{mm}^2} \times \frac{1 \text{ N}}{0.1019761 \text{ kg}} = 3236 \text{ N/mm}^2$$

$$\frac{365 \text{ kg}}{\text{mm}^2} \times \frac{1 \text{ N}}{0.1019761 \text{ kg}} = 3579 \text{ N/mm}^2$$

[0111] (Result) Compared with a comparison sample, it turns out that whenever [brittle] is improved with the rise of an elastic modulus, and breaking strength of the sample concerning this invention is improving so that clearly from Table 1. It is especially clear at the time of the dope manufacture concerning this invention that what performed cooling processing, the addition polymer, and the sample using a cross linking agent have very high breaking strength.

[0112]

[Effect of the Invention] By this invention, the cellulose ester film excellent in the adhesive property with a polarizer for polarizing plate protection was able to be offered.

[Translation done.]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2001-55402

(P2001-55402A)

(43) 公開日 平成13年2月27日 (2001.2.27)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テ-マ-ト* (参考)
C 0 8 B 3/06		C 0 8 B 3/06	4 C 0 9 0
C 0 8 J 3/24		C 0 8 J 3/24	Z 4 F 0 7 0
5/18	C E P	5/18	C E P 4 F 0 7 1
C 0 8 L 5/08		C 0 8 L 5/08	4 J 0 0 2

審査請求 未請求 請求項の数14 O L (全 14 頁)

(21) 出願番号 特願平11-231510

(22) 出願日 平成11年8月18日 (1999.8.18)

(71) 出願人 000001270

コニカ株式会社

東京都新宿区西新宿1丁目26番2号

(72) 発明者 立花 範幾

東京都日野市さくら町1番地コニカ株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 セルロースエステル及びそれを用いる偏光板保護フィルム

(57) 【要約】

【課題】 偏光子との接着性に優れた偏光板保護用のセルロースエステルフィルムを提供する。

【解決手段】 引っ張り弾性率が、 340 kgf/mm^2 以上で、かつ可塑剤含有量が1~20重量%であることを特徴とするセルロースエステルフィルム。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 引っ張り弾性率が、 340kgf/mm^2 以上で、かつ可塑剤含有量が1～20重量%であることを特徴とするセルロースエステルフィルム。

【請求項2】 セルロース以外の多糖類を含有することを特徴とするセルロースエステルフィルム。

【請求項3】 架橋剤により架橋されたことを特徴とするセルロースエステルフィルム。

【請求項4】 該架橋剤が金属化合物であることを特徴とする請求項3記載のセルロースエステルフィルム。 10

【請求項5】 該架橋剤が、ビニルスルホン基、エポキシ基、イソシアネート基、ブロックドイソシアネート基、活性ハロゲン基、アルデヒド基、エチレンイミン基、活性エステル生成基から選ばれる少なくとも一種の基を有することを特徴とする請求項3記載のセルロースエステルフィルム。

【請求項6】 セルロース以外の多糖類を含有し、さらに架橋剤により架橋されていることを特徴とするセルロースエステルフィルム。

【請求項7】 該多糖類がキチンまたはキトサンであることを特徴とする請求項2又は6記載のセルロースエステルフィルム。 20

【請求項8】 ヘイズが1%以下であることを特徴とする請求項1～7のいずれか1項に記載のセルロースエステルフィルム。

【請求項9】 水分率が8%以下であることを特徴とする請求項1～8のいずれか1項に記載のセルロースエステルフィルム。

【請求項10】 紫外線吸収剤を含有することを特徴とする請求項1～9のいずれか1項に記載のセルロースエステルフィルム。 30

【請求項11】 有機溶媒を -100 乃至 -10 ℃に冷却してから 0 乃至 120 ℃に加温する過程でセルロースエステルを溶解し、得られたセルロースエステル有機溶媒溶解液を、エンドレスベルト上、あるいはドラム上に塗布する工程を経て製造したことを特徴とする請求項1～10のいずれか1項に記載のセルロースエステルフィルム。

【請求項12】 該セルロースエステルがセルロース低級脂肪酸エステルであることを特徴とする請求項1～11のいずれか1項に記載のセルロースエステルフィルム。 40

【請求項13】 膜厚が、 $20\sim 120\mu\text{m}$ であることを特徴とする請求項1～12のいずれか1項に記載のセルロースエステルフィルム。

【請求項14】 偏光板用保護フィルムであることを特徴とする請求項1～13のいずれか1項に記載のセルロースエステルフィルム。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、セルロースエステルフィルムに関し、更に詳しくは偏光子との接着性にすぐれた偏光板保護用のセルロースエステルフィルムに関する。

【0002】

【従来の技術】一般に、液晶画像表示装置の形成に用いられる偏光板は、通常偏光機能を有する二色性染料で着色し一軸延伸されたポリビニルアルコールからなる偏光子に、トリアセチルセルロースからなる偏光板用保護フィルム2枚を両側より貼り合わせることににより製造されている。この場合、トリアセチルセルロースフィルムと偏光膜の接着性を高めるために、トリアセチルセルロースフィルムを貼り合わせる前に苛性ソーダのようなアルカリ水溶液に浸漬、鹼化することが行われている。

【0003】近年、液晶画像表示装置は、カーナビゲーション、携帯電話表示装置に代表されるように外部で使用される機会が多くなり、様々な環境下での高い耐久性が強く求められている。しかしながら、これまでの偏光板は、ガラス基板に偏光板を貼り付ける工程の一部で偏光板が裂けてしまうという欠点があった。

【0004】本発明者等は、鋭意研究を行った結果、その原因が偏光子と偏光板用保護フィルムの接着性の不足であることを突き止めた。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】従って本発明の目的は、偏光子との接着性に優れた偏光板保護用のセルロースエステルフィルムの提供にある。

【0006】

【課題を解決するための手段】本発明の上記の目的は、下記構成により達成された。

【0007】1. 引っ張り弾性率が、 340kgf/mm^2 以上で、かつ可塑剤含有量が1～20重量%であることを特徴とするセルロースエステルフィルム。

【0008】2. セルロース以外の多糖類を含有することを特徴とするセルロースエステルフィルム。

【0009】3. 架橋剤により架橋されたことを特徴とするセルロースエステルフィルム。

【0010】4. 該架橋剤が金属化合物であることを特徴とする前記3項記載のセルロースエステルフィルム。

【0011】5. 該架橋剤が、ビニルスルホン基、エポキシ基、イソシアネート基、ブロックドイソシアネート基、活性ハロゲン基、アルデヒド基、エチレンイミン基、活性エステル生成基から選ばれる少なくとも一種の基を有することを特徴とする前記3項記載のセルロースエステルフィルム。

【0012】6. セルロース以外の多糖類を含有し、さらに架橋剤により架橋されていることを特徴とするセルロースエステルフィルム。

【0013】7. 該多糖類がキチンまたはキトサンであることを特徴とする前記2又は6項記載のセルロースエ 50

ステルフィルム。

【0014】8. ヘイズが1%以下であることを特徴とする前記1〜7項のいずれか1項に記載のセルロースエステルフィルム。

【0015】9. 水分率が8%以下であることを特徴とする前記1〜8項のいずれか1項に記載のセルロースエステルフィルム。

【0016】10. 紫外線吸収剤を含有することを特徴とする前記1〜9項のいずれか1項に記載のセルロースエステルフィルム。

【0017】11. 有機溶媒を−100乃至−10℃に冷却してから0乃至120℃に加温する過程でセルロースエステルを溶解し、得られたセルロースエステル有機溶媒溶解液を、エンドレスベルト上、あるいはドラム上に塗布する工程を経て製造したことを特徴とする前記1〜10項のいずれか1項に記載のセルロースエステルフィルム。

【0018】12. 該セルロースエステルがセルロース低級脂肪酸エステルであることを特徴とする前記1〜11項のいずれか1項に記載のセルロースエステルフィルム。

【0019】13. 膜厚が、20〜120 μ mであることを特徴とする前記1〜12項のいずれか1項に記載のセルロースエステルフィルム。

【0020】14. 偏光板用保護フィルムであることを特徴とする前記1〜13項のいずれか1項に記載のセルロースエステルフィルム。

【0021】以下に、本発明を詳細に説明する。

【0022】本発明に係るセルロースエステルフィルムについて説明する。

【0023】本発明で用いられるセルロースエステルとしては、セルロースエステルが低級脂肪酸エステルであることが好ましい。

【0024】セルロースエステルの低級脂肪酸エステルにおける低級脂肪酸とは炭素原子数が6以下の脂肪酸を意味し、例えば、セルロースアセテート、セルロースプロピオネート、セルロースブチレート等がセルロースの低級脂肪酸エステルの好ましい例として挙げられる。

【0025】また、上記以外にも、特開平10-45804号、同08-231761号、米国特許第2,319,052号等に記載のセルロースアセテートプロピオネート、セルロースアセテートブチレート等の混合脂肪酸エステルを用いることが出来る。

【0026】上記記載の中でも、特に好ましく用いられるセルロースの低級脂肪酸エステルはセルローストリアセテートである。

【0027】更に、ベース強度の観点から、特に重合度250〜400、結合酢酸量が54〜62.5%が好ましく用いられ、更に好ましいのは、結合酢酸量が58〜62.5%のセルローストリアセテートである。

【0028】セルローストリアセテートは綿花リンターから合成されたセルローストリアセテートと木材パルプから合成されたセルローストリアセテートのどちらかを単独あるいは混合して用いることができる。ベルトやドラムからの剥離性がもし問題になれば、ベルトやドラムからの剥離性が良い綿花リンターから合成されたセルローストリアセテートを多く使用すれば生産性が高く好ましい。木材パルプから合成されたセルローストリアセテートを混合し用いた場合、綿花リンターから合成されたセルローストリアセテートの比率が40重量%以上で、剥離性の効果が顕著になるため好ましく、60重量%以上がさらに好ましく、単独で使うことが最も好ましい。

【0029】本発明に用いられる偏光板は、一般的な方法で作製することができる。例えば、セルロースエステルフィルムをアルカリ処理し、沃素溶液中に浸漬延伸して作製した偏光膜の両面に、完全ケン化型ポリビニルアルコール水溶液を用いて貼り合わせる方法がある。アルカリケン化処理とは、このときの水系接着剤の濡れを良くし、接着性を向上させるために、セルロースエステルフィルムを高温の強アルカリ液中に浸ける処理のことをいう。

【0030】本発明に用いられる偏光板の主たる構成要素である偏光膜とは、一定方向の偏波面の光だけを通す素子であり、現在知られている代表的な偏光膜は、ポリビニルアルコール系偏光フィルムで、これはポリビニルアルコール系フィルムにヨウ素を染色させたものと二色性染料を染色させたものがある。これらは、ポリビニルアルコール水溶液を製膜し、これを一軸延伸させて染色するか、染色した後一軸延伸してから、好ましくはホウ素化合物で耐久性処理を行ったものが用いられている。該偏光膜の面上に偏光板用保護フィルムである透明なプラスチックフィルムが張り合わされて偏光板を形成する。

【0031】しかしながら、従来の偏光板は、基盤に偏光板を貼り付ける工程の一部で、偏光板が裂けてしまうという重大な欠点を生じることが判明した。本発明者らは、この原因が、偏光子と偏光板用保護フィルムの接着性の不足であることを突き止めた。本発明者らは、鋭意検討の結果、偏光子と偏光板用保護フィルムの引っ張り弾性率を近づけることにより、偏光子と偏光板の裂ける欠点が改良されることを見いだした。

【0032】引っ張り弾性率を調整する方法としては、製造工程の最終段階で強い加熱処理を行う、引っ張り弾性率の大きいポリマーを混合する、架橋する方法等が挙げられる。

【0033】引っ張り弾性率は、23℃相対湿度55%にて引っ張り試験器により測定しS-S曲線より求めた。引っ張り弾性率は、340〜400Kg f/mm²が好ましく、更に好ましくは345〜395Kg f/m

m²、特に好ましくは350〜390Kg f/mm²である。

【0034】本発明におけるポリマーとしては、セルロースエステルフィルムとの相溶性の点からは、多糖類が挙げられ、特にキチン及びキトサンが好ましい。

【0035】本発明におけるキチンは、主としてカニの甲羅から製造されている。一般に粉砕、水洗したカニ殻を、希塩酸で処理して無機質を除き、次いで希苛性ソーダで処理して有機質を除去し、不溶の残分としてキチンを得るという方法で行われる。又、本発明におけるキト

サンは、キチンの脱アセチル化で得られる。キチンの脱アセチル化は、キチンを50%前後の熱苛性ソーダ溶液で処理することで行われる。通常、キトサンの脱アセチル化度は、0〜100%であり、好ましくは、50〜90%である。100%脱アセチル化されていなくとも希酢酸(1%)に溶けるようになったものは、一般にキト

サンと呼ばれており、本発明に用いることができる。

【0036】本発明においては、キトサンをキトサン誘導体とすることで膜強度、溶解性をコントロールすることができる。誘導体としては、アセチル化、アルキル

化、カルボキシアルキル化、スルホン化、アルキルスルホン化したもの等が挙げられる。

【0037】本発明において、前記キトサン又はキトサン誘導体の好ましい分子量Mwは、10,000から500,000である。

【0038】キチン及びキトサンの添加量は、任意に選択することができるが、好ましくはセルロースエステルフィルムに対し0.5〜50重量%、より好ましくは1〜20重量%である。

【0039】本発明に係るセルロースエステルフィルムには可塑剤が含まれる。用いることのできる可塑剤としては特に限定はないが、リン酸エステル系では、トリフェニルホスフェート、トリクレジルホスフェート、クレジルジフェニルホスフェート、オクチルジフェニルホスフェート、ジフェニルビフェニルホスフェート、トリオクチルホスフェート、トリブチルホスフェート等、フタル酸エステル系では、ジエチルフタレート、ジメチルシエチルフタレート、ジメチルフタレート、ジオクチルフタレート、ジブチルフタレート、ジ-2-エチルヘキシルフタレート等、グリコール酸エステル系では、トリ

アセチン、トリブチリン、ブチルフタリルブチルグリコレート、エチルフタリルエチルグリコレート、メチルフタリルエチルグリコレート、ブチルフタリルブチルグリコレート等を単独あるいは併用するのが好ましい。

【0040】これらの可塑剤の使用量は、フィルム性能、加工性等の点で、セルロースエステルに対して1〜20重量%が好ましい。液晶表示部材用としては、寸法安定性の観点から、2〜10重量%が好ましく、特に好ましくは3〜7重量%である。

【0041】ここで言う加工性とはベースフィルムや液

晶表示部材をスリット加工や打ち抜き加工する場合、加工性が悪いと切断面がノコギリ状になり切り屑が発生し、製品に付着し欠陥となるため好ましくない。

【0042】本発明に用いられるセルロースエステルフィルムには、他に必要ならマット剤として酸化珪素等の微粒子を加えてもよい。前記微粒子は有機物によって表面処理されていることが、フィルムのヘイズを低下させるため好ましい。

【0043】フィルムのヘイズとしては1%以下であり、好ましくは0.8%以下である。

【0044】表面処理で好ましい有機物としては、ハロシラン類、アルコキシシラン類、シラザン、シロキサンなどがあげられる。微粒子の平均径が大きい方がマット効果は大きく、平均径の小さい方は透明性に優れるため、本発明においては、微粒子の一次粒子の平均径は5〜50nmが好ましく、更に好ましくは、7〜14nmである。

【0045】酸化珪素の微粒子としては、アエロジル(株)製のAEROSIL200、300、R972、R974、R202、R812、OX50、TT600などがあげられ、好ましくはAEROSIL R972、R974、R202、R812などがあげられる。

【0046】請求項3に係る発明のセルロースエステルフィルムには架橋剤が含まれる。

【0047】架橋剤としては、金属酸化物、例えば酸化アルミニウム、ホウ酸、酸化コバルト等が好ましい。また、メタキシレンビニルスルホン酸等のビニルスルホン基を有する化合物、ビスフェノールグリシジルエーテル等のエポキシ基を有する化合物、イソシアネート基を有する化合物、ブロックドイソシアネート基を有する化合物、2-メトキシ-4,6-ジクロロトリアジン、2-ソディウムオキシ-4,6-ジクロロトリアジン等の活性ハロゲン基を有する化合物、ホルムアルデヒド、グリオキザール等のアルデヒド基を有する化合物、ムコクロル酸、テトラメチレン-1,4-ビス(エチレンウレア)、ヘキサメチレン-1,6-ビス(エチレンウレア)等のエチレンイミン基を有する化合物及び活性エステル生成基を有する化合物から選ばれる少なくとも1種の基を有する化合物を使用することができ、又2種以上の架橋剤を併用しても良い。

【0048】これらのうち、金属酸化物、ビニルスルホン基を有する化合物、エチレンイミン基を有する化合物、エポキシ基を有する化合物が特に好ましい。

【0049】本発明において、ビニルスルホン基を有する化合物とは、スルホン基に結合したビニル基あるいはビニル基を形成しうる基を有する化合物であり、好ましくはスルホン基に結合したビニル基またはビニル基を形成しうる基を少なくとも2つ有しており、下記一般式(1)で表されるものが好ましい。

【0050】一般式(1)

7

8



式中、Aはn価の連結基であり、例えばアルキレン基、置換アルキレン基、フェニレン基、置換フェニレン基であり、間にアミド連結部分、アミノ連結部分、エーテル連結部分あるいはチオエーテル連結部分を有していても良い。置換基としては、ハロゲン原子、ヒドロキシ基、ヒドロキシアルキル基、アミノ基、スルホン酸基、硫酸*

*エステル基等が挙げられる。nは1、2、3又は4である。

【0051】以下にビニルスルホン系架橋剤の代表的具体例を挙げる。

【0052】

【化1】

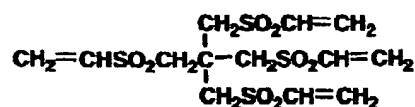
H-1



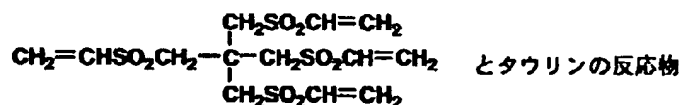
H-2



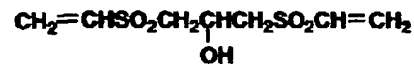
H-3



H-4



H-5



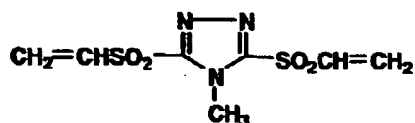
H-6



H-7



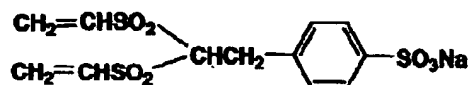
H-8



H-9



H-10



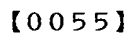
【0053】

【化2】

特開2001-55402

10

【0054】エチレンイミン基を有する化合物としては、特に2官能、3官能で分子量が700以下のものが好ましく用いられる。以下にエチレンイミン基を有する架橋剤の具体例を挙げる。



【化3】


$$\text{CH}_2=\text{CHCONHCH}_2\text{NHCOCH}=\text{CH}_2$$
$$\text{CH}_2=\text{CHCO}_2\text{CH}_2\text{OCOCH}=\text{CH}_2$$
$$\text{CH}_2=\text{CHSO}_3\text{CH}_2\underset{\text{O}}{\text{CH}-\text{CH}_2}$$

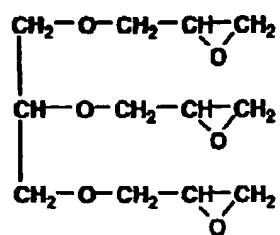
20

$$\text{CH}_2=\text{CHCH}_2\text{OCH}_2\text{CH}=\text{CH}_2$$

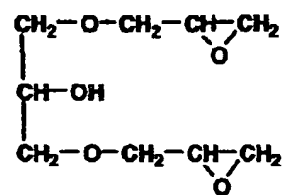
11

12

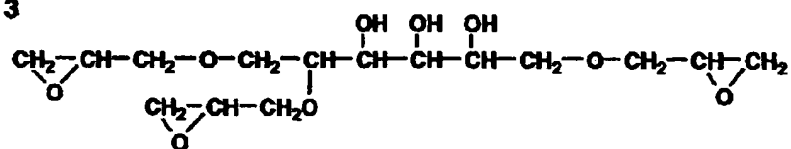
E-1



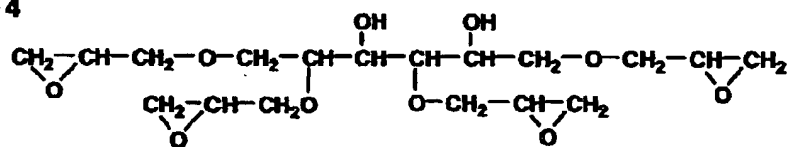
E-2



E-3



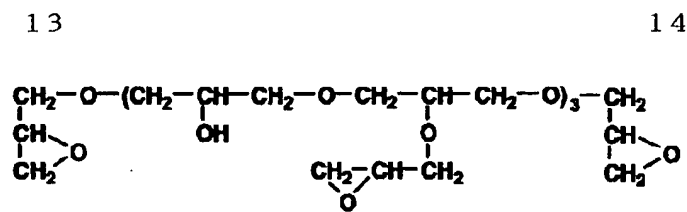
E-4



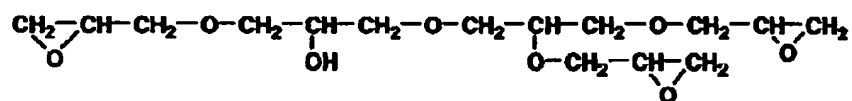
【0056】

* * 【化4】

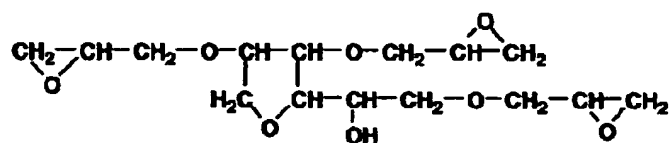
E-5



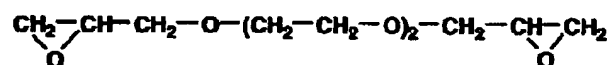
E-6



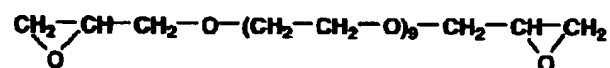
E-7



E-8



E-9



【0057】エポキシ基を有する化合物としては、特にエポキシ基を2つ以上有し1つの官能基当たりの分子量が300以下のものが好ましい。以下にエポキシ基を有*

* する架橋剤の具体例を挙げる。

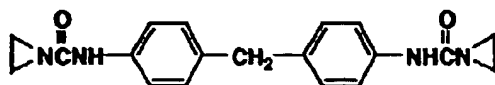
【0058】

【化5】

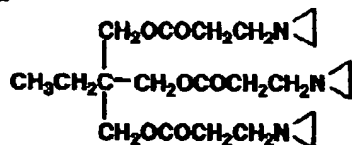
15

16

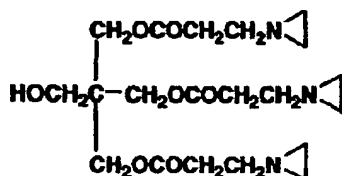
A-1



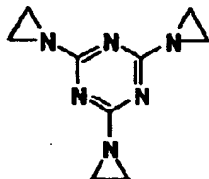
A-2



A-3



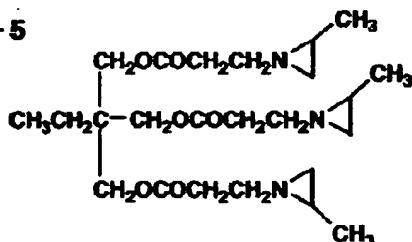
A-4



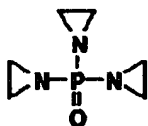
【0059】

【化6】

A-5



A-6



A-7



【0060】本発明における架橋剤の使用量は、適用されるセルロースエステルフィルムにより異なるが、好ましくは添加される多糖類の0.1~10重量%、好ましくは1~8%である。

*【0061】次に請求項10に係る発明のセルロースエステルフィルムに含有される紫外線吸収剤について説明する。

【0062】本発明で用いられる紫外線吸収剤は、融点が100℃以上であるが、好ましくは135℃以上であり、更に好ましくは140℃以上である。

【0063】更に、液晶の劣化防止の観点から、波長370nm以下の紫外線の吸収能に優れ、かつ良好な液晶表示性の観点から、波長400nm以上の可視光の吸収が少ないものが好ましく用いられる。

【0064】本発明に用いられる紫外線吸収剤の具体例としては、例えばオキシベンゾフェノン系化合物、ベンゾトリアゾール系化合物、サリチル酸エステル系化合物、ベンゾフェノン系化合物、シアノアクリレート系化合物、ニッケル錯塩系化合物、無機粉体などが挙げられ、ベンゾトリアゾール系紫外線吸収剤が好ましく用いられる。以下に具体例を示すが、これらに限定されるものではない。

【0065】UV-1：2-(2'-ヒドロキシ-5'-メチルフェニル)ベンゾトリアゾール

UV-2：2-(2'-ヒドロキシ-3', 5'-ジ-ter-ブチルフェニル)ベンゾトリアゾール

*50 UV-3：2-(2'-ヒドロキシ-3'-ter-ブ

チル-5'-メチルフェニル)ベンゾトリアゾール
UV-4: 2-(2'-ヒドロキシ-3', 5'-ジ-
ter-ブチルフェニル)-5-クロロベンゾトリアゾ-
ール

UV-5: 2-(2'-ヒドロキシ-3'-(3",
4", 5", 6"-テトラヒドロフタルイミドメチル)-
5'-メチルフェニル)ベンゾトリアゾール

UV-6: 2, 2-メチレンビス(4-(1, 1, 3,
3-テトラメチルブチル)-6-(2H-ベンゾトリア-
ゾール-2-イル)フェノール)

また本発明で用いられる紫外線吸収剤のひとつであるベン-
ゾフェノン系紫外線吸収剤の具体例を示すが、本発明
はこれらに限定されない。

【0066】UV-7: 2, 4-ジヒドロキシベンゾフ-
ェノン

UV-8: 2, 2'-ジヒドロキシ-4-メトキシベン-
ゾフェノン

UV-9: 2-ヒドロキシ-4-メトキシ-5-スルホ-
ベンゾフェノン

UV-10: ビス(2-メトキシ-4-ヒドロキシ-5
-ベンゾイルフェニルメタン)

本発明で好ましく用いられる上記記載の紫外線吸収剤
は、透明性が高く、偏光板や液晶素子の劣化を防ぐ効果
に優れたベンゾトリアゾール系紫外線吸収剤やベンゾフ-
ェノン系紫外線吸収剤が好ましく、不要な着色がより少-
ないベンゾトリアゾール系紫外線吸収剤が特に好まし
い。

【0067】紫外線吸収剤の添加方法としては、アルコ-
ールやメチレンクロライド、ジオキソランなどの有機溶
剤に紫外線吸収剤を溶解してからドープに添加するか、
または直接ドープ組成中に添加してもよい。無機粉体の
ように有機溶剤に溶解しないものは、有機溶剤とセルロ-
ースエステル中にディゾルバーやサンドミルを使用し、
分散してからドープに添加する。

【0068】紫外線吸収剤の使用量は化合物の種類、使
用条件などにより様ではないが、通常はセルロースエ-
ステルフィルム1m²当り、0.2g~2.0gが好ま-
しく、0.4g~1.5gがさらに好ましく、0.6g
~1.0gが特に好ましい。

【0069】請求項10に係る発明においては、融点が
100℃以上の少なくとも1種の紫外線吸収剤がセルロ-
ースエステルフィルム中に含有されるが、融点100℃
未満の紫外線吸収剤を併用してもよい。融点100℃以-
上の紫外線吸収剤の量はセルロースエステルフィルムに
含有される全紫外線吸収剤に対しての割合が多いほどそ
の効果を発揮する。好ましくは30重量%以上で、さら
に好ましくは50重量%、最も好ましくは、全量が融点
100℃以上の紫外線吸収剤を使用する場合である。

【0070】本発明のセルロースエステルフィルムは、
高い寸法安定性、良好な紫外線カット性能から液晶表示

用部材に用いられるのが好ましい。液晶表示用部材とは
液晶表示装置に使用される部材のことで、例えば、偏光
板、偏光板用保護フィルム、位相差板、反射板、視野角
向上フィルム、防眩フィルム、無反射フィルム、帯電防
止フィルム等があげられる。上記記載の中でも、寸法安
定性に対しても厳しい要求のある偏光板、偏光板用保護
フィルムにおいて、本発明のセルロースエステルフィル
ムは特に好適に用いられる。

【0071】次に、本発明のセルロースエステルフィル
ムの製造方法について説明する。

【0072】本発明において、セルロースエステルが溶
解しているドープ液とは、セルロースエステルが溶剤
(溶媒)に溶解している状態であり、前記ドープ液に
は、可塑剤等の添加剤を加えてもよく、勿論、必要によ
りこの他の添加剤を加えることも出来る。ドープ液中の
セルロースエステルの濃度としては、10~30重量%
が好ましく、更に好ましくは、18~20重量%であ
る。

【0073】本発明で用いられる溶剤は、単独でも併用
でもよいが、良溶剤と貧溶剤を混合して使用すること
が、生産効率の点で好ましく、更に好ましくは、良溶剤
と貧溶剤の混合比率は良溶剤が70~95重量%であ
り、貧溶剤が30~5重量%である。

【0074】本発明に用いられる良溶剤、貧溶剤とは、
使用するセルロースエステルを単独で溶解するものを良
溶剤、単独で膨潤するかまたは溶解しないものを貧溶剤
と定義している。そのため、セルロースエステルの結合
酢酸量によっては、良溶剤、貧溶剤が変わり、例えばア
セトンを溶剤として用いるときには、セルロースエステ
ルの結合酢酸量55%では良溶剤になり、結合酢酸量6
0%では貧溶剤となってしまう。

【0075】本発明に用いられる良溶剤としては、メチ
レンクロライド等の有機ハロゲン化合物やジオキソラン
類が挙げられる。また、本発明に用いられる貧溶剤とし
ては、例えば、メタノール、エタノール、n-ブタノ-
ール、シクロヘキサン等が好ましく用いられる。

【0076】ドープ液を調製する時の、セルロースエ-
ステルの溶解方法としては、一般的な方法を用いることが
できるが、好ましい方法としては、セルロースエステル
を貧溶剤と混合し、湿潤あるいは膨潤させ、さらに良溶
剤と混合する方法が好ましく用いられる。このとき加圧
下で、溶剤の常温での沸点以上でかつ溶剤が沸騰しない
範囲の温度で加熱し、攪拌しながら溶解する方法が、ゲ
ルやママコと呼ばれる塊状未溶解物の発生を防止するた
め、より好ましい。

【0077】本発明において、セルロースエステルの溶
解に使用する加圧容器の種類は特に問うところではな
く、所定の圧力に耐えることができ、加圧下で加熱、攪
拌ができればよい。加圧容器はそのほか圧力計、温度計
などの計器類を適宜配設する。加圧は窒素ガスなどの不

10

20

30

40

50

活性気体を圧入する方法や、加熱による溶剤の蒸気圧の上昇によって行ってもよい。加熱は外部から行うことが好ましく、例えばジャケットタイプのものは温度コントロールが容易で好ましい。

【0078】溶剤を添加しての加熱温度は、使用溶剤の沸点以上で、かつ該溶剤が沸騰しない範囲の温度が好ましく例えば40℃以上、50～110℃の範囲に設定するのが好適である。又、圧力は設定温度で、溶剤が沸騰しないように調整される。

【0079】溶解後は冷却しながら容器から取り出すか、または容器からポンプ等で抜き出して熱交換器などで冷却し、これを製膜に供する。このときの冷却温度は常温まで冷却してもよいが、沸点より5～10℃低い温度まで冷却し、その温度のままキャストを行うほうが、ドープ粘度を低減できるためより好ましい。

【0080】本発明においては、セルロースエステルを溶剤に溶解させたドープ液と、微粒子や紫外線吸収剤などと少量のセルロースエステルが溶解している溶液がインラインで添加、混合され、次いで、支持体上に流延（キャスト工程）し、加熱して溶剤の一部を除去（支持体上乾燥工程）した後、支持体から剥離し、剥離したフィルムを乾燥（フィルム乾燥工程）し、本発明のセルロースエステルフィルムが得られる。

【0081】キャスト工程における支持体はベルト状もしくはドラム状のステンレスを鏡面仕上げした支持体が好ましく用いられる。キャスト工程の支持体の温度は一般的な温度範囲0℃～溶剤の沸点未満の温度で、流延することができるが、0～30℃の支持体上に流延するほうが、ドープをゲル化させ剥離限界時間をあげられるため好ましく、5～15℃の支持体上に流延することがさらに好ましい。剥離限界時間とは透明で平面性の良好なフィルムを連続的に得られる流延速度の限界において、流延されたドープが支持体上にある時間をいう。剥離限界時間は短い方が生産性に優れていて好ましい。

【0082】流延（キャスト）される側の支持体の表面温度は、10～55℃、溶液の温度は、25～60℃、更に溶液の温度を支持体の温度より0℃以上高くするのが好ましく、5℃以上に設定するのが更に好ましい。溶液温度、支持体温度は、高いほど溶媒の乾燥速度が速くできるので好ましいが、あまり高すぎると発泡したり、平面性が劣化する場合がある。

【0083】支持体の温度の更に好ましい範囲は、20～40℃、溶液温度の更に好ましい範囲は、35～45℃である。

【0084】また、剥離する際の支持体温度を10～40℃、更に好ましくは、15～30℃にすることでフィルムと支持体との密着力を低減できるので、好ましい。

【0085】製造時のセルロースエステルフィルムが良好な平面性を示すためには、支持体から剥離する際の残留溶媒量は、10～80%が好ましく、更に好ましく

は、20～40%または60～80%であり、特に好ましくは、20～30%である。

【0086】本発明においては、残留溶媒量は下記式で定義される。

【0087】残留溶媒量＝（加熱処理前重量－加熱処理後の重量）×100／（加熱処理後重量）%

尚、残留溶媒量を測定する際の、加熱処理とは、フィルムを115℃で1時間の加熱処理を行うことを表す。

【0088】支持体とフィルムを剥離する際の剥離張力は、通常20～25kg/mで剥離が行われるが、薄膜化されている場合のセルロースエステルフィルムは、剥離の際にシワが入りやすいため、剥離できる最低張力～17kg/mで剥離することが好ましく、更に好ましくは、最低張力～14kg/mで剥離することである。

【0089】また、セルロースエステルフィルムの乾燥工程においては、支持体より剥離したフィルムを更に乾燥し、残留溶媒量を3重量%以下にすることが好ましく、更に好ましくは、0.5重量%以下である。

【0090】フィルム乾燥工程では一般にロール懸垂方式か、ピンテンター方式でフィルムを搬送しながら乾燥する方式が採られる。液晶表示部材用としては、ピンテンター方式で幅を保持しながら乾燥させることが、寸法安定性を向上させるために好ましい。特に支持体より剥離した直後の残留溶媒量の多いところで幅保持を行うことが、寸法安定性向上効果をより発揮するため特に好ましい。フィルムを乾燥させる手段は特に制限なく、一般的に熱風、赤外線、加熱ロール、マイクロ波等で行う。簡便さの点で熱風で行うのが好ましい。乾燥温度は40～150℃の範囲で3～5段階の温度に分けて、段々高くしていくことが好ましく、80～140℃の範囲で行うことが寸法安定性を良くするためさらに好ましい。

【0091】セルロースエステルフィルムの膜厚が薄すぎると、偏光板の保護フィルムとしての強度が不足し、偏光板の寸法安定性や湿熱での保存安定性が悪化する。膜厚が厚いと偏光板が厚くなり、液晶ディスプレイの薄膜化が困難になる。これらを両立するセルロースエステルフィルムの膜厚は20～120μmで、好ましくは30～60μm、更に好ましくは35～45μmであり、最も好ましいのは40μmである。

【0092】上記薄膜化した場合のセルロースエステルフィルムの好ましい水分率は、0.5～4.0%であり、より好ましくは1.5～3.5%、さらに好ましくは1.5～3.0%である。

【0093】セルロースエステルフィルムの含水率は、下記の方法により測定ができる。

【0094】セルロースエステルフィルム試料を10cm²の大きさに断裁し、23℃相対湿度80%の条件下で48時間放置した後、その重量を測定しW1とした。ついで、該フィルムを、120℃で45分間加熱乾燥処理を施した後、その重量を測定しW2とした。各々得ら

21

22

れた測定値から下記計算式により、23℃相対湿度80%における水分率を測定する。

【0095】

水分率(%) = (W1 - W2) / W2 × 100

【0096】

《試料1の作製》

(ドープ液の作製)

綿花リンターから合成されたセルローストリアセテート (酢化度61.0%)	85重量部
木材パルプから合成されたセルローストリアセテート (酢化度61.0%)	15重量部
UV-2 (紫外線吸収剤)	1重量部
エチルフタリルエチルグリコレート (可塑剤)	4重量部
メチレンクロライド	475重量部
エタノール	50重量部
アエロジルL200 平均粒径0.3μmに分散	2重量部

以上を密閉容器に投入し、70℃まで加熱、撹拌しながらセルローストリアセテート(TAC)を完全に溶解し、ドープ液を調製した。溶解に要した時間は、4時間であった。

【0099】上記で調製したドープ液を濾過した後、ベルト流延装置を用い、ドープ液温度35℃で30℃のステンレスバンド支持体上に均一に流延し、110℃以下の乾燥風でフィルム中の残留溶媒量が25%になるまで溶媒を蒸発させ、次いでステンレスバンド支持体上からフィルムを剥離した。ドープ液の流延から剥離までに要した時間は3分であった。ステンレスバンド支持体から剥離した後、さらに多数のロールを搬送させながら50℃、90℃、120℃の乾燥ゾーンで乾燥を終了させ、膜厚40μmのセルローストリアセテートフィルムの試料1を得た。

【0100】《試料2の作製》乾燥終了後さらに120℃

エチルフタリルエチルグリコレート (可塑剤)	4重量部
酢酸メチル	475重量部
エタノール	50重量部

得られた上記組成物を-100℃に冷却後、残りのトリアセチルセルロース、UV-2、アエロジルL200を添加し、0℃から120℃に加温する過程で有機溶媒に完全に溶解した以外は、実施例1と同様にして試料を作製した。

【0105】《試料7～試料14の作製》表1に記載したように、ドープ液作製時にポリマー及び架橋剤を添加した以外は試料1と同様にして試料7から試料14を作製した。

【0106】以上の様にして得られた試料1～試料14について、弾性率、水分率及びヘイズを測定し、得られた結果を表1に示す。なお、ヘイズは、ASTM-D1003-52に従って測定した。

【0107】次いで、得られた各セルロースエステルフィルムを用いて以下の方法にて偏光板を作製した。

*【実施例】以下に実施例を用いて、本発明の態様を具体的に説明するが、本発明はこれに限定されない。

【0097】下記の方法に従いセルロースエステルフィルム試料を作製した。

* 【0098】

※℃で5分間乾燥ゾーンを通した以外は、試料1と同様にして、試料2を作製した。

20. 【0101】《試料3、試料4の作製》セルローストリアセテート(TAC)の代わりにアセチルプロピルセルロース(イーストマンケミカル社製CAP482-0.5)に変更した以外は試料1、試料2と同様にして、それぞれ試料3、試料4を作製した。

【0102】《試料5、試料6の作製》ドープ液の溶解、調製の際に、下記に示す冷却法を用いた以外は試料1、試料2と同様にして、それぞれ試料5、試料6を作製した。

【0103】実施例1のドープ組成物において、溶媒としてメチレンクロライドから酢酸メチルに変更し、以下の組成物を作製した。

【0104】

★【0108】試料1～試料14を40℃の2.5N-水酸化ナトリウム溶液に60秒間浸漬しアルカリ処理し、3分間水洗して酸化処理層を形成し、アルカリ処理フィルムを得た。

40. 【0109】次に、厚さ120μmのポリビニルアルコールフィルムを沃素1重量部、ホウ酸4重量部を含む水溶液100重量部に浸漬し、50℃で4倍に延伸してそれぞれの偏光膜を作製した。得られた偏光膜の両面に前記アルカリ処理済み試料フィルムを完全酸化型ポリビニルアルコール5%水溶液を粘着剤として、各々貼り合わせて偏光板試料を作製した。得られた各偏光板試料について、脆弱性試験器により脆弱度を測定した。得られた結果を表1に示す。なお、脆弱度は、35mm×1mの試料を作製し、23℃相対湿度55%の条件下でウェッジ・ブリトルネス・アパレイタスを用いて測定した。数

値は低いほど破断強度が高いことを示している。

*【表1】

【0110】

*

試料 No.		セルロース 種類	添加ポリマー種類		架橋剤種類		弾性率 Kg f/mm ²	脆弱度 mm	水分率 %	ヘイズ %
			種類	重量量部	種類	重量量部				
試料 1	比 較	TAC	—	—	—	—	330	110	4.6	0.15
試料 2	本発明	TAC	—	—	—	—	340	80	3.5	0.15
試料 3	比 較	CAP	—	—	—	—	330	100	4.3	0.15
試料 4	本発明	CAP	—	—	—	—	350	80	3.3	0.15
試料 5	比 較	TAC 冷却	—	—	—	—	330	100	4.6	0.15
試料 6	本発明	TAC 冷却	—	—	—	—	355	80	3.5	0.15
試料 7	本発明	TAC	キチン	10	—	—	365	60	2.5	0.25
試料 8	本発明	TAC	キチン	5	—	—	360	65	3.0	0.20
試料 9	本発明	TAC	キトサン 1	10	—	—	360	70	3.5	0.25
試料 10	本発明	TAC	キトサン 2	5	—	—	355	75	3.5	0.20
試料 11	本発明	TAC	キトサン 1	10	H-6	0.5	365	65	2.5	0.25
試料 12	本発明	TAC	キトサン 1	5	E-5	1.0	355	70	3.0	0.20
試料 13	本発明	TAC	キトサン 1	10	A-5	0.5	365	65	3.1	0.25
試料 14	本発明	TAC	キトサン 1	5	ME-1	0.5	355	75	3.3	0.20

キチン：甲陽ケミカル社製キチンTC-L

キトサン1：甲陽ケミカル社製コーヨーキトサンSK-30

キトサン2：甲陽ケミカル社製コーヨーキトサンSK-400

架橋剤ME-1：酸化アルミニウム

【0111】（結果）表1から明らかなように、比較試料に比べ本発明に係わる試料は、弾性率の上昇に伴い、脆弱度が改良され破断強度が向上していることがわかる。とりわけ、本発明に係わるドーブ製造時に冷却処理を施したもの、添加ポリマー、架橋剤を用いた試料が、※

※極めて高い破断強度を有していることが明らかである。

【0112】

【発明の効果】本発明により、偏光子との接着性に優れた偏光板保護用のセルロースエステルフィルムを提供することができた。

フロントページの続き

Fターム(参考) 4C090 AA07 BA25 BA26 BA46 BA47
BD01 BD05 BD10 BD19 BD24
CA04 CA06 CA25 CA35 DA21
4F070 AA01 AA02 AC13 AC15 AC35
AC38 AC39 AC43 AC45 AC50
AC55 AC66 AE02 AE08 AE23
CA11 CB04 GC09
4F071 AA08 AA09 AB11 AC06 AC07
AC12 AC14 AE02 AF15 AF20
AF27 AG05 AH19 BA02 BB02
BC01 BC02 BC08 BC16
4J002 AB00X AB02W AB05X DE096
DE146 DK006 ED026 EE016
EE037 EH038 EH106 EH148
EL026 EP026 ER006 EU016
EU136 EU177 EU186 EV207
EV216 EW048 EW156 FD028
FD057 FD156 GG02